# 明細書

磁気特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材の製造方法

# 技術分野

- [0001] この発明は、磁気特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材の製造 方法に関するものであり、この複合軟磁性材はインジェクター部品、イグニッション部 品、電磁弁用コア、モーター用コアなどの製造に使用されるものである。 背景技術
- [0002] 一般に、軟磁性粉末は、鉄粉末、Fe-Si系鉄基軟磁性合金粉末、Fe-Al系鉄基軟磁性合金粉末、Fe-Si-Al系鉄基軟磁性合金粉末、Fe-Cr系鉄基軟磁性合金粉末、Ni基軟磁性合金粉末またはFe-Co系軟磁性合金粉末などが知られており、前記鉄粉末としては純鉄粉末を使用することが知られており、

Fe-Si系鉄基軟磁性合金粉末としてはSi:0.1~10%を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Si系鉄基軟磁性合金粉末(例えばSi:1~12質量%を含有し残部がFeおよび不可避不純物からなる珪素鋼粉末、一層具体的にはFe-3%Si粉末)を使用することが知られており、

Fe-Al系鉄基軟磁性合金粉末としてはAl:0.05~10を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Al系鉄基軟磁性合金粉末(例えば、Fe-15%Alからなる組成を有するアルパーム粉末)を使用することが知られており、

Fe-Si-Al系鉄基軟磁性合金粉末としてはSi:0.1~10質量%、Al:0.05~10を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Si-Al系鉄基軟磁性合金粉末(例えば、Fe-9%Si-5%Alからなる組成を有するセンダスト粉末)を使用することが知られており、

Fe-Cr系鉄基軟磁性合金粉末としてはCr:1〜20%を含有し、必要に応じてAl:5%以下、Si:5%以下の内の1種または2種を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Cr系鉄基軟磁性合金粉末を使用することが知られており、

さらに、Ni基軟磁性合金粉末としてはNi:35~85%を含有し、必要に応じてMo:5

%以下、Cu:5%以下、Cr:2%以下、Mn:0.5%以下の内の1種または2種以上を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるニッケル基軟磁性合金粉末(例えば、Fe-79%Ni粉末)を使用することが知られており、さらに、

Fe-Co系鉄基軟磁性合金粉末としてはCo:10〜60%を含有し、必要に応じてV:0.1〜3%を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Co系鉄基軟磁性合金粉末(以上、%は質量%を示す。)を使用することが知られている。

- [0003] さらに、軟磁性粉末の表面に絶縁性皮膜を形成した軟磁性粉末(以下、絶縁皮膜被 覆軟磁性粉末という)は、前記軟磁性粉末を高温酸化処理することにより表面に酸化 膜を形成した酸化膜被覆軟磁性粉末、軟磁性粉末にリン酸処理を施すことにより表 面にリン酸皮膜を形成したリン酸被覆軟磁性粉末、軟磁性粉末にスチーム処理を施 すことにより表面に絶縁性の水酸化膜を形成した水酸化膜被覆軟磁性粉末が知ら れている。これら絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の中でも軟磁性粉末の表面にリン酸皮膜 を形成したリン酸皮膜被覆軟磁性粉末の中でも軟磁性粉末の表面にリン酸皮膜 を形成したリン酸皮膜被覆軟磁性粉末が最も多く使用されている。
- [0004] かかる絶縁性皮膜被覆軟磁性粉末は、その充填密度を高めるために、結合剤と共に可能な限り高圧で圧縮成形する。しかし、高圧圧縮成形して得られた複合軟磁性材は、圧縮成形時に絶縁性皮膜被覆軟磁性粉末の内部の軟磁性粉末に圧縮歪が生成し、軟磁性磁気特性が低下し、材料の特性を十分に発揮させることができなくなる。そのために、圧縮生成して得られた複合軟磁性材料は熱処理することにより歪みを開放し、軟磁性特性を回復させるための熱処理が施されている。
- [0005] しかし、軟磁性粉末の歪みを開放するには500℃以上の高温に加熱することが好ましいが、かかる温度に加熱すると、結合剤としてポリフェニルエーテル樹脂、ポリエーテルイミド樹脂などの熱可塑性樹脂、さらに、フェノール樹脂、エポキシ樹脂有機樹脂などの熱硬化性樹脂を使用した複合軟磁性材料は炭化または燃焼して好ましくない。そのために、結合剤として水ガラスを使用した複合軟磁性材料が提案されている(特許文献1参照)。この水ガラスを結合剤とした複合軟磁性材は有機樹脂を結合剤とした複合軟磁性材に比べて強度が低く、さらに水分を吸収して軟化するために耐久性が低い。そのため、近年、シリコーン樹脂を結合剤として作製した複合軟磁性材が提案されている。このシリコーン樹脂を結合剤とする複合軟磁性材は軟磁性粉末

を250~950℃で酸化雰囲気中で加熱することにより表面に絶縁皮膜である酸化膜を形成して絶縁皮膜被覆軟磁性粉末を作製し、この絶縁皮膜被覆軟磁性粉末にシリコーン樹脂:0.5~10質量%添加し混合し、圧縮成形したのち、非酸化性雰囲気中、温度:500~1000℃で焼成することにより歪みを除去して製造するものである(特許文献2参照)。

特許文献1:特開昭56-155510号公報

特許文献2:特開平6-342714号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] この従来法によると、シリコーン樹脂を0.5~10質量%添加する必要があり、シリコーン樹脂の添加量が多くなるほど絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の添加量が減少して複合軟磁性材の磁気特性の低下は避けられない。反対にシリコーン樹脂の添加量が0.5質量%未満であると強度および比抵抗が低下するので好ましくない。そのために、シリコーン樹脂の添加量を可及的に少なくして絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の含有量を多くし、しかも高強度および低鉄損を保持することができる複合軟磁性材の開発が求められていた。

課題を解決するための手段

[0007] そこで、本発明者等は、複合軟磁性材に含まれるシリコーン樹脂の量を一層減らして 軟磁性粉末または絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の含有量を一層増やすことにより磁気 特性を向上させ、さらに高強度および低鉄損を保持する複合軟磁性材を製造すべく 研究を行った。その結果、

軟磁性粉末または絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の表面に厚さ:0.1~5μmの極めて 薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を作製し、こ のシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を予め室温または最高150℃に加熱し、この 室温から150℃の範囲内の温度に加熱したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を1 00~150℃に加熱された金型に充填し、圧力:600~1500MPaで圧縮成形して成 形体を作製し、この成形体を温度:400~600℃で焼成して得られた複合軟磁性材 は、軟磁性粉末が薄いシリコーン樹脂でまんべんなく被覆されており、シリコーン樹 脂の添加量を0.5質量%未満に抑えても、従来法で作製した複合軟磁性材とほぼ同じ高強度および低鉄損を有し、軟磁性粉末の含有量が増えることにより一層磁気特性が向上する、

- (ロ)前記絶縁皮膜被覆軟磁性粉末としては、表面にリン酸皮膜を有するリン酸皮膜 被覆軟磁性粉末であることが特に好ましい、という研究結果が得られたのである。
- [0008] この発明は、かかる研究結果に基づいてなされたものであって、
  - (1) 軟磁性粉末または絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の表面に厚さ:0.1~5μmの極めて薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を室温~150℃に加熱し、この室温~150℃に加熱されたシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を温度:100~150℃に加熱された金型に充填し、成形圧力:600~1500MPaで圧粉成形し、得られた成形体を温度:400~600℃で焼成する磁気特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材の製造方法、
  - (2)前記絶縁皮膜被覆軟磁性粉末は、リン酸皮膜被覆軟磁性粉末である前記(1) 記載の磁気特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材の製造方法、 に特徴を有するものである。
- [0009] 通常の軟磁性粉末または絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の表面に厚さ:0.1~5μmの極めて薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末は、一般に市販されている軟磁性粉末または絶縁皮膜被覆軟磁性粉末に液体状のシリコーン樹脂を0.1~0.5質量%未満添加し、通常の方法で混合した後、大気中で乾燥することにより簡単に作製することができる。この厚さ:0.1~5μmの極めて薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を用いて作製した複合軟磁性材は、そこに含まれるシリコーン樹脂の量を0.1~0.5質量%未満にすることができる。
- [0010] したがって、前記表面にリン酸皮膜を有するリン酸皮膜被覆軟磁性粉末の表面に厚さ:0.1~5μmの極めて薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末は、一般に市販されている表面にリン酸皮膜を有するリン酸皮膜被覆軟磁性粉末に液体状のシリコーン樹脂を0.1~0.5質量%未満添加し、通常の方法で混合した後、大気中で乾燥することにより簡単に作製することができる。この厚さ

:0. 1~5 μ mの極めて薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成 軟磁性粉末を用いて作製した複合軟磁性材は、そこに含まれるシリコーン樹脂の量 を0. 1~0. 5質量%未満にすることができる。

## 発明の効果

[0011] 複合軟磁性材に含まれるシリコーン樹脂の量を一層減らすことにより軟磁性粉末また はリン酸皮膜被覆軟磁性粉末の含有量を一層増加させ、もって磁気特性を向上させ るとともに従来の複合軟磁性材と同じ高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材を 製造することができる。

この発明の複合軟磁性材の製造方法において使用するシリコーン樹脂皮膜形成軟 磁性粉末の表面に形成されているシリコーン樹脂被膜の厚さを $0.1-5\mu$  mに定めたのは、シリコーン樹脂被膜の厚さが $0.1\mu$  m未満では複合軟磁性材の十分な強度と比抵抗を確保できないからであり、一方、シリコーン樹脂皮膜の厚さが $5\mu$  mを越えて厚くすると、複合軟磁性材に含まれるシリコーン樹脂の量が0.5質量%以上となり、十分な軟磁性磁気特性が得られない理由によるものである。

かかるシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末は、室温~150℃の所定の温度に加熱したのち、温度:100~150℃に加熱された金型に充填され、圧縮成形される。金型を100~150℃に加熱する理由は、コロイド状の潤滑剤を金型の壁面に塗布した場合、潤滑剤に含まれる水分が蒸発して固体状の潤滑剤が金型の壁面に付着させる目的とシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末の成型密度を高めるためである。したがって、金型の加熱温度は100℃以上であることが必要であるが、150℃を越える必要は無い。この加熱された金型に充填するシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末が150℃を越えて加熱されると、軟磁性粉末に酸化が生じて圧縮性に悪影響を与えるので好ましくない。したがって金型に充填するシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末は加熱しても最高150℃に押さえることが好ましい。

[0012] かかる金型に充填されたシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を600~1500MPaで 圧縮成形するのは、圧縮成形圧力が600MPa未満では十分な密度が得られないか らであり、一方、1500MPaを越えると比抵抗が低下したり、金型強度の低下により寸 法精度が大幅に低下するので好ましくないからである。 圧縮成形して得られた成形体は、大気中、温度:400~600℃に30~60分間保持することにより焼成する。この温度で焼成することによりシリコーン樹脂はガラス化して高強度の複合軟磁性材が得られる。またこの温度で焼成することにより軟磁性粉末の歪みが除去され、軟磁性磁気特性が回復する。前記焼成温度を400~600℃に限定したのは、400℃未満では圧縮成形時に生じた歪の開放が不十分であるので好ましくなく、一方、600℃を越えると比抵抗の低下が生じるので好ましくない理由によるものである。

発明を実施するための最良の形態

### [0013] 実施例1

原料として、純鉄粉末にリン酸処理を施すことによりリン酸皮膜を形成してリン酸皮膜 形成軟磁性粉末を用意し、さらに液体状のシリコーン樹脂を用意した。このリン酸皮 膜形成軟磁性粉末に液体状のシリコーン樹脂を表1に示される割合で添加し、大気 中で混合することにより表1に示される平均厚さのシリコーン樹脂皮膜を有するシリコ ーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を作製した。

## [0014] [表1]

|                          | 原料の配合組成 | (質量%)            | シリコーン樹脂皮膜 |
|--------------------------|---------|------------------|-----------|
| 種別 種別                    | シリコーン樹脂 | リン酸皮膜形成<br>軟磁性粉末 | の平均厚さ(μm) |
| シリコーン樹<br>脂皮膜形成軟<br>磁性粉末 | 0. 3    | 残部               | 2         |

このシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を表2~3に示される温度に加熱し、この加熱されたシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を表2~3に示される温度に加熱された金型に充填し、表2~3に示される圧力で圧縮成形することにより成形体を作製し、ついでこの成形体を大気中、表2~3に示される温度に表2~3に示される時間保持の加熱を行って本発明法1~17および比較法1~7を実施することにより縦:5mm、横:10mm、長さ:60mmの寸法を有する軟磁性試験片および外径:35mm、内径:25mm、高さ:5mmの寸法を有する軟磁性試験片を作製した。これら軟磁性試験片を用い、室温における抗折強度、密度、比抵抗、鉄損および磁束密度を測定し、その測定結果を表2~3に示した。

### 従来例1

実施例で用意したリン酸皮膜形成軟磁性粉末にシリコーン樹脂粉末を5質量%添加 し混合しすることによりシリコーン樹脂粉末:5質量%、残部:リン酸皮膜形成軟磁性 粉末からなる配合組成を有する混合粉末を作製し、この混合粉末を常温で金型に充 填し、圧力:700MPaで圧縮成形して成形体を作製し、この成形体を700℃、120分 間保持の加熱を行って従来法1を実施することにより縦:5mm、横:10mm、長さ:60 mmの寸法を有する軟磁性試験片および外径:35mm、内径:25mm、高さ:5mmの寸 法を有する軟磁性試験片を作製した。この軟磁性試験片を用い、室温における抗折 強度、密度、比抵抗、鉄損および磁東密度を測定し、その測定結果を表3に示した。

[0015] [表2]

|           | that S                            |      |      |      |      |       |      |          |      |      |      |      |      |      |
|-----------|-----------------------------------|------|------|------|------|-------|------|----------|------|------|------|------|------|------|
|           | 磁束密度<br>B100000~m<br>(T)          | 1.58 | 1.58 | 1.57 | 1.57 | J. 60 | 1.58 | 1.60     | 1.63 | 1.61 | 1.70 | 1.73 | 1.45 | 1.75 |
| 0特性       | <b>然指</b><br>(¶ / kg)             | 10.4 | 10.5 | 10.7 | 10.8 | 10.4  | 10.5 | 10.5     | 10.3 | 10.1 | 9.5  | 9.3  | 13.8 | 9.3  |
| 軟磁性試験片の特性 | 比据的<br>× 10 <sup>-4</sup><br>(Ωm) | 2.0  | 2.8  | 3.4  | 3.0  | 1.4   | 2.5  | 2.3      | 1.8  | 1.8  | 2.4  | 1.2  | 4.7  | 9.0  |
| 軟         | 密度<br>(Mg/m³)                     | 7.49 | 7.49 | 7.48 | 7.48 | 7.50  | 7.49 | 7.50     | 7.52 | 7.53 | 7.63 | 7.70 | 7.34 | 7.74 |
|           | 抗析強度<br>(IPa)                     | 105  | 961  | 100  | 110  | 110   | 105  | 105      | 901  | 011  | 110  | 115  | 96   | 115  |
|           | 焼成時間<br>(分)                       |      |      |      |      |       |      | 8        |      |      |      |      |      |      |
|           | 焼成温度<br>(C)                       |      |      |      |      |       |      | <u> </u> |      |      |      |      |      |      |
| 製造条件      | <b>压翰战形</b> 压力<br>(MPa)           | 750  | 800  | 800  | 008  | 800   | 800  | 800      | 800  | 800  | 1000 | 1200 | 630  | 1500 |
|           | <u>金型の加</u><br>熱温度<br>(で)         | 021  | 120  | 120  | 150  | 120   | 100  | 130      | 140  | 120  | 120  | 120  | 120  | 120  |
|           | 表1のシリコーン協能皮膜形成 対極性粉末の加熱温度(で)      | 86   | 86   | 超圆   | 150  | 120   | 100  | 901      | 100  | 100  | 100  | 001  | 100  | 061  |
|           | <u> </u>                          | _    | 2    | က    | 4    | 5     | 9    | 2        | œ    | 6    | 10   | =    | 12   | 13   |
|           | 種別                                |      |      | ·I   |      |       | *    | 発用       | 张    |      |      |      |      |      |

[0016] [表3]

| :                                     |              | 番               | 製造条件            |              |                    |              | <b>3</b>      | 軟磁性試験片の特性              | <b>存在</b>     |                                |
|---------------------------------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------|--------------------|--------------|---------------|------------------------|---------------|--------------------------------|
| 表1のシリコー<br>ン樹脂皮膜形成   4<br>軟磁性粉末の加   加 | <b>44 25</b> | 金型の加熱<br>温度 (で) | 压缩或形压力<br>(MPa) | 佐成温度<br>(C)  | <b>免成時間</b><br>(分) | 花光報<br>(Pra) | 密度<br>(Mg/m³) | 开放<br>× 10 −4<br>(Ω m) | 鉄拱<br>(11/kg) | <b>越東密度</b><br>B₁0000人m<br>(T) |
|                                       | i .          | 120             | 800             | 410          |                    | 110          | 7.52          | 4.4                    | 10.9          | 1.66                           |
| 8                                     |              | 120             | 908             | 450          |                    | 110          | 7. 52         | 3.2                    | 11.8          | 1.61                           |
|                                       | l            | 120             | 800             | 220          |                    | 115          | 7.51          | 0.79                   | 11.5          | 1.62                           |
| <u> </u>                              |              | 120             | 008             | 286          |                    | 120          | 7.50          | 0.68                   | 11.8          | 1.63                           |
| 165*                                  | l            | 821             | 008             | 995          |                    | 75           | 7.40          | 5.0                    | 13.0          | 1.50                           |
| 001                                   | 1            | 160*            | 908             | 200          | 8                  | 75           | 7.45          | 4.2                    | 11.1          | 1.52                           |
| 001                                   | 1            | <b>‡</b> 66     | 800             | 95           |                    | 001          | 7.35          | 2.1                    | 13.5          | 1.45                           |
| 001                                   |              | 130             | 1600*           | 009          |                    | 021          | 7.75          | 0.11                   | 13.1          | 1.75                           |
| 001                                   | ł            | 130             | \$20\$          | 200          |                    | 98           | 7.23          | 3.8                    | •             | 1.41                           |
| 8                                     | 1            | 821             | 008             | <b>*</b> 059 |                    | 130          | 7.50          | 0.0082                 | 18.3          | 1.62                           |
| 8                                     |              | 130             | 800             | 350#         |                    | 110          | 7.51          | 4.3                    | 14.0          | 1.60                           |
| _                                     | !            | 30              | 700             | 700          | 120                | 09           | 7.08          | 21                     | 1             | 1.30                           |

表2~3に示される結果から、本発明法1~17で作製した軟磁性試験片は、従来法1 で作製した軟磁性試験片に比べて優れた軟磁性磁気特性を有することが分かる。ま た、この発明の条件から外れた比較法1~7で作製した軟磁性試験片は一部好ましく ない特性が現れることがわかる。

### 実施例2

原料として、純鉄粉末を用意し、さらに液体状のシリコーン樹脂を用意した。この純鉄粉末に液体状のシリコーン樹脂を表4に示される割合で添加し、大気中で混合することにより表4に示される平均厚さのシリコーン樹脂皮膜を有するシリコーン樹脂皮膜形

### 成軟磁性粉末を作製した。

### [0017] [表4]

|                    | 原料の配合組成 | (質量%) | シリコーン樹脂皮膜 |
|--------------------|---------|-------|-----------|
| 種別                 | シリコーン樹脂 | 純鉄粉末  | の平均厚さ(μm) |
| シリコーン樹 脂皮膜形成軟 磁性粉末 | 0. 3    | 残部    | 2         |

表4のシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を表5~6に示される温度に加熱し、この加熱されたシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を表5~6に示される温度に加熱された金型に充填し、表5~6に示される圧力で圧縮成形することにより成形体を作製し、ついでこの成形体を大気中、表5~6に示される温度に表5~6に示される時間保持の加熱を行って本発明法18~27および比較法8~13を実施することにより縦:5 mm、横:10mm、長さ:60mmの寸法を有する軟磁性試験片および外径:35mm、内径:25mm、高さ:5mmの寸法を有する軟磁性試験片を作製した。これら軟磁性試験片を用い、室温における抗折強度、密度、比抵抗、鉄損および磁束密度を測定し、その測定結果を表5~6に示した。

#### 従来例2

実施例2で用意した純鉄粉末にシリコーン樹脂を5質量%添加し混合しすることによりシリコーン樹脂:5質量%、残部:リン酸皮膜形成軟磁性粉末からなる配合組成を有する混合粉末を作製し、この混合粉末を常温で金型に充填し、圧力:700MPaで圧縮成形して成形体を作製し、この成形体を700℃、120分間保持の加熱を行って従来法2を実施することにより縦:5mm、横:10mm、長さ:60mmの寸法を有する軟磁性試験片および外径:35mm、内径:25mm、高さ:5mmの寸法を有する軟磁性試験片を作製した。この軟磁性試験片を用い、室温における抗折強度、密度、比抵抗、鉄損および磁東密度を測定し、その測定結果を表6に示した。

## [0018] [表5]

|           | , E                                 |      |       | Γ    |      |              |      |      |      |      | -    |
|-----------|-------------------------------------|------|-------|------|------|--------------|------|------|------|------|------|
|           | 磁東密度<br>B10000ルm<br>(T)             | 1.58 | 1.58  | 1.57 | 1.57 | 1.60         | 88.1 | 09'1 | 19'1 | 1.61 | 1.70 |
| の特性       | 鉄損<br>(¶/kg)                        | 10.4 | 10.5  | 10.7 | 10.8 | 10.4         | 10.5 | 9.01 | 10.3 | 10.1 | 9.8  |
| 軟磁性試験片の特性 | 比抵抗<br>× 10 <sup>-4</sup><br>(Ωm)   | 1.2  | 26 '0 | 86.0 | 1.5  | 92.0         | 0.53 | 0.37 | 0.85 | 0.89 | 0.82 |
| 軟         | 密度<br>(Mg/m³)                       | 7.51 | 7.51  | 7.53 | 7.40 | 7.66         | 7.75 | 7.51 | 7.53 | 7.52 | 7.53 |
|           | 抗折強度<br>(MPa)                       | 110  | 113   | 120  | 201  | 123          | 125  | 121  | 921  | 021  | 971  |
|           | 焼成時間<br>(分)                         |      |       |      |      | ç            | 3    |      |      |      |      |
|           | 焼成温度<br>(C)                         |      |       |      |      | Ş            | 200  |      |      |      |      |
| 製造条件      | E <b>館</b> 成形圧力<br>(MPa)            | 008  | 800   | 008  | 059  | 1100         | 1500 | 008  | 800  | 800  | 800  |
|           | 金型の加<br>熱温度<br>(C)                  | 120  | 130   | 120  | 120  | 120          | 130  | 100  | 120  | 120  | 120  |
|           | 表4のシリコーン機能皮膜形成<br>軟磁性粉末の加<br>熱温度(で) | 要    | 100   | 100  | 100  | 001          | 001  | 001  | 001  | 120  | 150  |
|           | 種別                                  | 18   | 61    | 8    | 21   | প্ল          | ន    | 172  | 97   | 9%   | 12   |
|           | 御                                   |      |       |      | +    | <b>€</b> \$# | 野力   | Ą    |      |      |      |

[0019] [表6]

| Πi        | ا<br>ا  |             | _    |       |      |         |      |            |
|-----------|---|-------------|------|-------|------|---------|------|------------|
|           | 磁束密度<br>B₁00004/m<br>(T)  | 1.51        | 1.47 | 1.76  | 1.42 | 1.61    | 1.60 | 1.32       |
| <b>养性</b> | 数据<br>(W/kg)  | 12.1        | 13.4 | 14.2  | 1    | 17.9    | 14.8 | •          |
| 軟磁性試験片の特性 | 比格花<br>× 10-4<br>(Qm)   | 5.1         | 1.6  | 0.23  | 1.1  | 6900 '0 | 1.3  | 21         |
| 横         | 密度<br>(Mg/m³)   | 7.41        | 7.34 | 1.71  | 7.29 | 7.51    | 7.53 | 7.10       |
|           | 抗折強度<br>(MPa)   | 22          | 88   | 121   | 071  | *8      | 124  | 8          |
|           | 焼成時間<br>(分)   |             |      | ç     | ₹    |         |      | 0Z1        |
|           | 焼成温度<br>(で)   | 200         | 200  | 88    | 200  | 200     | ±059 | 200        |
| 製造条件      | 压解战形压力<br>(MPa)   | 008         | 900  | 1650* | 570* | 008     | 800  | 700        |
|           | 金型の加熱<br>温度 (で)   | 120         | 袭    | 120   | 120  | 120     | 120  | 88         |
|           | 表4のシリコーン樹脂皮膜形成<br>軟磁性粉末の加<br>熱温度(で)   | <b>*091</b> | 100  | 901   | 100  | 100     | 001  | 1          |
|           | 18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00<br>18.00 | 80          | 6    | 2     | =    | 12      | 13   | 從来法2       |
|           | <b>%</b> ₹  |             |      | 出 #   | 文 法  |         |      | ₹ <u>2</u> |

表5〜6に示される結果から、本発明法1〜17で作製した軟磁性試験片は、従来法2で作製した軟磁性試験片に比べて優れた軟磁性磁気特性を有することが分かる。 また、この発明の条件から外れた比較法8〜13で作製した軟磁性試験片は一部好ましくない特性が現れることがわかる。

# 請求の範囲

- [1] 軟磁性粉末または絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の表面に厚さ:0.1~5μmの極めて 薄いシリコーン樹脂皮膜を形成したシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末を室温~15 0℃に加熱し、この室温~150℃に加熱されたシリコーン樹脂皮膜形成軟磁性粉末 を温度:100~150℃に加熱された金型に充填し、成形圧力:600~1500MPaで 圧粉成形し、得られた成形体を温度:400~600℃で焼成することを特徴とする磁気 特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材の製造方法、
- [2] 前記絶縁皮膜被覆軟磁性粉末は、リン酸皮膜被覆軟磁性粉末であることを特徴とする請求項1記載の磁気特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材の 製造方法。
- [3] 請求項1または2記載の方法で製造した磁気特性に優れ、高強度および低鉄損を有する複合軟磁性材。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

International application No.
PCT/JP2004/015984

| A. CLASSIFIC                     | CATION OF SUBJECT MATTER H01F1/26, 1/33, 41/02, B22F3,  | /00  |                              |
|----------------------------------|---|--|------------------------------|
|                                  |   |  |                              |
|                                  | ernational Patent Classification (IPC) or to both national  | al classification and IPC  |                              |
| B. FIELDS SE                     |   |  |                              |
| Int.Cl                           | nentation searched (classification system followed by cl<br>H01F1/26, 1/33, 41/02, B22F3,                                       | lassification symbols)<br>/ 0 0  |                              |
| 1                                | ,   |  |                              |
|                                  |   |  |                              |
| Documentation s                  | searched other than minimum documentation to the exte   | ent that such documents are included in the  | e fields searched            |
| Jitsuyo                          | Shinan Koho 1922-1996 To  | oroku Jitsuyo Shinan Koho  | 1994-2004                    |
|                                  |   | tsuyo Shinan Toroku Koho   |                              |
| Electronic data b                | pase consulted during the international search (name of   | data base and, where practicable, search to  | erms used)                   |
|                                  |   |  |                              |
| C. DOCUMEN                       | VTS CONSIDERED TO BE RELEVANT   |  |                              |
|                                  |   |  | <u> </u>                     |
| Category*                        | Citation of document, with indication, where ap   |  | Relevant to claim No.        |
| Y                                | JP 2003-297624 A (Toyota Cen<br>Development Laboratories, Inc   |  | 1-3                          |
|                                  | 17 October, 2003 (17.10.03),  | ,  |                              |
|                                  | Par Nos. [0042] to [0049]   |  |                              |
| ļ                                | (Family: none)  |  |                              |
| Y                                | JP 7-211531 A (Tokin Corp.),  |  | 1-3                          |
|                                  | 11 August, 1995 (11.08.95),<br>  Par No. [0014]   |  |                              |
|                                  | (Family: none)  |  |                              |
|                                  | -   |  | ,                            |
| Y                                | JP 2003-142310 A (Daido Stee<br>16 May, 2003 (16.05.03),  | 1 Co., Ltd.),  | 2                            |
|                                  | Par Nos. [0003] to [0007]   |  |                              |
|                                  | (Family: none)  |  |                              |
|                                  |   |  |                              |
|                                  |   |  |                              |
|                                  |   |  |                              |
| × Further do                     | cuments are listed in the continuation of Box C.  | See patent family annex.   |                              |
| "A" document de                  | gories of cited documents:<br>efining the general state of the art which is not considered                                      | "T" later document published after the inte<br>date and not in conflict with the applica | tion but cited to understand |
|                                  | icular relevance<br>cation or patent but published on or after the international  | the principle or theory underlying the in<br>"X" document of particular relevance; the c |                              |
| filing date "L" document w       | hich may throw doubts on priority claim(s) or which is  | considered novel or cannot be considered step when the document is taken alone           |                              |
| cited to esta                    | hich may divide on priority cram(s) or which is<br>blish the publication date of another citation or other<br>in (as specified) | "Y" document of particular relevance; the c  |                              |
|                                  | ferring to an oral disclosure, use, exhibition or other means   | considered to involve an inventive a combined with one or more other such                | documents, such combination  |
| "P" document pu<br>priority date | blished prior to the international filing date but later than the   | being obvious to a person skilled in the<br>"&" document member of the same patent fi    |                              |
|                                  |   |  | <b>,</b>                     |
|                                  | completion of the international search  | Date of mailing of the international sear  |                              |
| 20 Janu                          | mary, 2005 (20.01.05)   | 08 February, 2005 (  | (08.02.05)                   |
| Name and analy                   | and described to A /  | Australia di 60  |                              |
|                                  | g address of the ISA/<br>se Patent Office   | Authorized officer   | Į                            |
| Facsimile No.                    |   | Telephone No.  | }                            |

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/015984

|                  |  | PCT/JP2      | 2004/015984           |
|------------------|--|--------------|-----------------------|
| C (Continuation) | ). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT   |              |                       |
| Category*        | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant                                  | ant passages | Relevant to claim No. |
| A                | JP 2002-75721 A (Daido Steel Co., Ltd.),<br>15 March, 2002 (15.03.02),<br>Par No. [0015]<br>(Family: none) |              | 1-3                   |
| A                |  | 9 to 18      | 1-3                   |
|                  |  |              | ·                     |
|                  |  |              |                       |
|                  |  |              |                       |

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (January 2004)

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類 (1 PC))

Int. Cl. ' HO1F 1/26, 1/33, 41/02, B22F 3/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl. 'H01F 1/26, 1/33, 41/02, B22F 3/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2004年

日本国登録実用新案公報

1994-2004年

日本国実用新案登録公報

1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

|                 | ると認められる文献   |                  |
|-----------------|---|------------------|
| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示                                   | 関連する<br>請求の範囲の番号 |
| Y               | JP 2003-297624 A (株式会社豊田中央研究所)<br>2003.10.17,【0042】~【0049】(ファミリーなし) | 1-3              |
| Y               | JP 7-211531 A (株式会社トーキン)<br>1995.08.11,【0014】 (ファミリーなし)             | 1-3              |
| Y               | JP 2003-142310 A (大同特殊鋼株式会社)<br>2003.05.16,【0003】~【0007】(ファミリーなし)   | 2                |

#### |x| C欄の続きにも文献が列挙されている。

□ パテントファミリーに関する別紙を参照。

#### \* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す。
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に曾及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

#### の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 20.01.2005 国際調査報告の発送日 08.2.2005 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 単便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3565

| c (続き).         | 関連すると認められる文献  |               |
|-----------------|---|---------------|
| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示                                   | 関連する 請求の範囲の番号 |
| A               | JP 2002-75721 A (大同特殊鋼株式会社)<br>2002.03.15,【0015】 (ファミリーなし)          | 1-3           |
| A               | JP 60-1816 A (ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ)                                   | 1-3           |
|                 | 1985.01.08, 特許請求の範囲、第5頁左下欄第9~19<br>  行、第6頁左下欄第2~18行 & US 4601765 A1 | ·             |
|                 | & US 46-01753 A1 & FR 2545640<br>A1 & ES 532137 A                   |               |
|                 | AI & ES SSZIS? A  |               |
|                 |   |               |
|                 | ·   |               |
|                 |   |               |
|                 |   |               |
|                 |   |               |
|                 |   |               |
| ·               |   | ·             |
|                 |   |               |
| •               |   |               |
|                 |   | ,             |
|                 |   |               |
|                 |   | ,             |
|                 | •   |               |
|                 |   | ·             |
|                 | ·   |               |
|                 |   |               |
|                 |   |               |
|                 |   |               |
|                 |   |               |
|                 | ·   | ·             |